	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10300.1 – Stanovení obsahu jodu metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	2

STANOVENÍ OBSAHU JODU METODOU ICP-MS

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení obsahu jodu v krmivech metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS).

2 Princip

Jod se stanoví v extraktu vzorku metodou hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS).


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Kyselina dusičná, HNO₃, koncentrovaná, podvarově destilovaná.
- 2 Kyselina dusičná, HNO₃, c(HNO₃) = 5 %.
Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije 500 ml vody (3), přidá se 79 ml kyseliny dusičné (1). Po vytemperování se doplní po značku.
- 3 Voda, ultračistá.
- 4 Jodid draselný, KI.
- 5 Standardní zásobní roztok vnitřního porovnávacího prvku (Te) o koncentraci c = 1000 mg/l. Dodává se komerčně.
- 6 Tetramethylamonium hydroxid (TMAH), 25%. Dodává se komerčně.
- 7 Argon, čistota 4.8 nebo vyšší.

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Hmotnostní spektrometr s indukčně vázaným plazmatem.
- 2 Podvarové destilační zařízení, celoteflonové.
- 3 Zařízení pro přípravu ultračisté vody.
- 4 Automatické pipety (20 – 5000) µl.
- 5 Ultraodstředivý mlýn, síto s velikostí ok nejvýše 0,3 mm.
- 6 Laboratorní mlýnek, např. GM200.
- 7 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10300.1 – Stanovení obsahu jodu metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	2

- 8 Plastové uzavíratelné centrifugační zkumavky na jednou použití, (30 – 50) ml.
- 9 Plastové nádoby uzavíratelné, 50 ml.
- 10 Stojany na centrifugační zkumavky.
- 11 Laboratorní sklo.
- 12 Sušárna.
- 13 Centrifuga.

Poznámky

1 *Plastové a skleněné odměrné baňky se naplní kyselinou dusičnou (2) nejméně 24 h před měřením. Před vlastní přípravou kalibračních roztoků se vypláchnou vodou (3). Plastové zkumavky se nejméně na 24 h ponoří do kyseliny dusičné (2), poté se opláchnou vodou (3), vysuší a uchovají ve vzduchotěsných plastových boxech.*

5 Postup

5.1 Příprava vzorku

Aby se zabránilo změnám obsahu jodu, je nutno vzorek uchovávat ve vzduchotěsném obalu, popř. v originálním obalu a při manipulaci se vzorkem zabránit nadměrnému kontaktu se vzduchem a vystavování světlu. Vzorky podléhající zkáze musejí být uchovány při teplotě – 18 °C.


Vzorky se homogenizují ve vhodném zařízení tak, aby se zabránilo jejich přehřátí.

Suché vzorky se melou na ultraodstředivém mlýnku se sítím o velikosti ok 0,3 mm popřípadě menšími, vlhké vzorky se homogenizují pomocí mlýnku .

5.2 Extrakce vzorku

5.2.1 Extrakce krmiv s obsahem organických látek

Do uzavíratelné plastové centrifugační zkumavky se naváží asi 0,1 g až 0,5 g (vztaženo na obsah sušiny) vzorku s přesností 0,0001 g. Přidá se 10 ml vody (3) a důkladně se promíchá, aby nevznikly shluky. Přidá se 1 ml roztoku TMAH (6) a opět se důkladně promíchá. Zkumavka se ihned uzavře a umístí se na 3 h do sušárny vyhřáté na (90 ± 3) °C. Po vyjmutí ze sušárny se nechá zchladit na laboratorní teplotu. Poté se obsah zkumavky kvantitativně převede do 50ml odměrné baňky, doplní vodou (3) po značku a dobře se promíchá. Obsah baňky se převede do uzavíratelné centrifugační zkumavky a odstředí se 20 min nejméně při 2 000 g. Čirý supernatant se převede do plastové nádoby a uzavře se. Slepé stanovení se provádí paralelně s extrakcí vzorku. Měří se bezprostředně po přípravě extraktu, nejpozději do 24 h.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10300.1 – Stanovení obsahu jodu metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	2

5.2.2 Extrakce krmiv minerálního původu

Do uzavíratelné plastové centrifugační zkumavky se naváží asi 0,5 g vzorku s přesností 0,0001 g. Přidá se 5 ml vody (3) a důkladně se promíchá, aby nevznikly shluky. Přidá se 1 ml roztoku TMAH (6) a opět se důkladně promíchá. Zkumavka se ihned uzavře a umístí se na 3 h do sušárny vyhřáté na (90 ± 3) °C. Po vyjmutí ze sušárny se nechá zchladit na laboratorní teplotu. Poté se obsah zkumavky kvantitativně převede do 50 ml odměrné baňky, doplní vodou (3) po značku a dobře se promíchá. Obsah baňky se převede do uzavíratelné centrifugační zkumavky a odstředí se 20 min nejméně při 2 000 g. Čirý supernatant se převede do plastové nádoby a uzavře se. Slepé stanovení se provádí paralelně s extrakcí vzorku. Měří se bezprostředně po přípravě extraktu, nejpozději do 24 h.

5.3 Měření, příprava kalibračních roztoků pro analýzu

5.3.1 Příprava kalibračních roztoků (I)

Pro stanovení obsahu jodu se používá externí kalibrace s vnitřním porovnávacím prvkem. Směsné kalibrační standardy se připraví vhodným naředěním základního standardního roztoku o koncentraci 1 g/l, který se připraví rozpuštěním 0,1308 g KI (4) ve vodě (3) a doplní se ve 100ml odměrné baňce po značku.


Ze zásobního roztoku jodu (1 g/l) se připraví standardní roztok o koncentraci 10 mg/l, tzn. z roztoku o koncentraci 1 g/l se pipetuje 500 μ l do 50ml skleněné odměrné baňky a doplní se vodou (3). Z takto připraveného roztoku se do 25ml skleněných odměrných baněk pipetuje (25; 50; 125; 250; 1250; 2500) μ l, přidá se 1 ml TMAH (6) a doplní se po značku vodou (3). Takto připravené kalibrační roztoky obsahují (10; 20; 50; 100; 500; 1000) μ g/l jodu. Standard o koncentraci 0 μ g/l se připraví stejným způsobem vyjma pipetování roztoku jodu, tzn. do 25ml skleněné odměrné baňky se pipetuje 1 ml TMAH (6) a doplní se vodou (3). Roztoky se připravují vždy čerstvé před měřením.

5.3.2 Příprava roztoku vnitřního porovnávacího prvku (Te)

Ze základního certifikovaného standardního roztoku (5) se připraví roztok o koncentraci 10 mg/l. Do 50ml odměrné baňky se ze základního roztoku pipetuje 500 μ l, přidá se 1 ml podvarově destilované kyseliny dusičné (1) a doplní se vodou (3) po značku. Z tohoto roztoku se dalším ředěním připraví roztok o koncentraci 500 μ g/l: 5000 μ l připraveného roztoku se pipetuje do 100ml odměrné baňky a doplní se po značku vodou (3).

5.3.3 Stanovení metodou ICP-MS

Ladění přístroje a naladění p/a faktoru se provede podle postupu doporučeného výrobcem. Měření probíhá v normálním módu na izotopu I(127). Jako vnitřní porovnávací prvek se použije Te(125).

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10300.1 – Stanovení obsahu jodu metodou ICP-MS	Vydání	1
		Revize	2

6 Kontrola kvality

S každou sérií vzorků se provede analýza interního referenčního materiálu (IRM). V každé sérii je třeba zařadit alespoň jeden slepý pokus.

7 Výpočet a vyjádření výsledků

Koncentrace analytu v roztoku zkušební vzorku a v roztoku slepého pokusu se vypočtou z kalibrační rovnice. Tento výpočet provádí přímo vyhodnocovací program přístroje. Pokud je hodnota slepého pokusu vyšší než přípustná hodnota stanovená v průběhu validace metody, je třeba zjistit příčinu a odstranit ji. V tomto případě není možné vyhodnocení změřených vzorků, stejně jako v případě, že naměřená hodnota IRM neodpovídá požadovaným parametrům. Pokud jsou parametry slepého pokusu a IRM vyhovující, vypočte se výsledná koncentrace prvku ve vzorku po odečtení slepého pokusu podle následujícího vztahu

$$X_{elem} = \frac{(C_V - C_B) \times V}{m}$$

kde

X je obsah prvku vyjádřený v mg/kg,

C_V je koncentrace příslušného prvku v extraktu vzorku v $\mu\text{g/l}$, odečtená z kalibračního grafu,

C_B je koncentrace příslušného prvku v $\mu\text{g/l}$ v roztoku slepého pokusu,

m je hmotnost navážky vzorku v g,

V je celkový objem filtrátu nebo extraktu v l.